SNI 2354-3:2017

SNI

Standar Nasional Indonesia

Cara uji kimia – Bagian 3:
Penentuan kadar lemak total pada produk perikanan

ICS 67.050

Daftar isi

Prakata

Dalam rangka memberikan jaminan mutu dan keamanan pangan terhadap komoditas yang akan dipasarkan di dalam dan luar negeri, maka perlu disusun suatu Standar Nasional Indonesia (SNI) tentang Metode Uji yang dapat memenuhi jaminan tersebut.

Standar ini disusun oleh Komite Teknis 65-05: Produk Perikanan, yang telah dirumuskan melalui rapat teknis, dan rapat konsensus pada tanggal 21-23 September 2016 di Jakarta dihadiri oleh wakil dari produsen, konsumen, asosiasi, lembaga penelitian, perguruan tinggi serta instansi terkait sebagai upaya untuk meningkatkan jaminan mutu dan keamanan pangan.

Standar ini merupakan revisi dari SNI 01-2354.3-2006 Cara uji kimia - Bagian 3: Penentuan kadar lemak total pada produk perikanan. Perubahan standar ini terdapat pada:

1. Penambahan tahapan hidrolisis asam
   Penentuan kadar lemak pada produk perikanan memerlukan tahapan hidrolisis asam untuk melepaskan lemak dari komponen lain dalam matriks. Penentuan kadar lemak tanpa hidrolisis asam untuk produk olahan perikanan menghasilkan kadar lemak yang lebih rendah dari kadar sebenarnya. Hal ini didukung dengan hasil uji profisiensi.
2. Penambahan penggunaan *Soxhlet* otomatis
   Seiring dengan perkembangan teknologi, penggunaan *Soxhlet* otomatis mempercepat proses ekstraksi lemak. Sehingga penggunaan ekstraktor *Soxhlet* otomatis dapat menjadi pilihan selain *Soxhlet konvensional.*
3. Penambahan metode *Mojonnier*
   Penambahan metode *Mojonnier* memberikan pilihan bagi pengguna SNI untuk menggunakan cara uji sesuai kebutuhan dan peralatan yang dimiliki.

Standar ini telah melalui proses jajak pendapat pada tanggal 30 November 2016 sampai dengan 28 Januari 2017 dengan hasil akhir Rancangan Akhir Standar Nasional Indonesia (RASNI).

Perlu diperhatikan bahwa kemungkinan beberapa unsur dari dokumen standar ini dapat berupa hak paten. Badan Standardisasi Nasional tidak bertanggung jawab untuk pengidentifikasian salah satu atau seluruh hak paten yang ada.

Pendahuluan

Penyusunan SNI ini, memperhatikan ketentuan dalam Peraturan Menteri Kelautan dan Perikanan RI Nomor PER.19/MEN/2010 tentang Pengendalian Sistem Jaminan Mutu dan Keamanan Hasil Perikanan.

Cara uji kimia – Bagian 3:
Penentuan kadar lemak total pada produk perikanan

1 Ruang lingkup

Standar ini digunakan untuk menentukan kadar lemak total pada produk perikanan.

2 Istilah dan definisi

Untuk tujuan penggunaan dokumen ini, istilah dan definisi berikut ini berlaku.

2.1
ekstraksi
suatu proses pemisahan/penarikan suatu zat/substansi tertentu dari suatu bahan. Ekstraksi dapat dilakukan dengan bantuan pelarut organik, air dan lain-lain.

2.2
evaporasi
suatu proses penguapan untuk memisahkan pelarut (*solvent*) dengan zat terlarut (*solute*)

2.3
produk perikanan
ikan termasuk biota perairan lainnya yang ditangani dan/atau diolah untuk dijadikan produk akhir yang berupa ikan segar, ikan beku dan olahan lainnya yang digunakan untuk konsumsi manusia

2.4
hidrolisis asam
reaksi kimia dari suatu senyawa dengan air menggunakan asam, umumnya menghasilkan satu atau lebih bentuk senyawa lain

2.5
lemak total
kelompok senyawa yang terdiri dari lipid sederhana, senyawaan lipid dan turunan lipid yang larut dalam eter, kloroform atau pelarut organik lainnya

3 Prinsip

Contoh dihidrolisis dalam suasana asam untuk membebaskan lemak yang terikat dengan senyawa lain, kemudian diekstrak dengan pelarut organik dengan bantuan pemanasan. Pelarut organik yang melarutkan lemak selanjutnya dipisahkan dengan penguapan. Penetapan kadar lemak total dihitung secara gravimetri.

4 Peralatan

4.1 Metode *Soxhlet*

- Neraca analitik;
- Peralatan ekstraktor *Soxhlet* konvensional atau otomatis;
- Penangas listrik;
- Sirkulator pendingin;

- Selongsong lemak;
- Desikator;
- Oven;
- Gelas piala 250 mL;
- Kaca arloji;
- Batang pengaduk;
- Kertas saring kasar.

4.2 Metode *Mojonnier*

- Neraca analitik;
- Penangas air;
- Penangas listrik;
- Labu *Mojonnier;*
- *Centrifuge* dengan rotor yang sesuai untuk labu *Mojonnier;*
- *Rotary evaporator;*
- Labu alas bulat atau erlenmeyer 250 mL;
- Corong pisah;
- Desikator;
- Kertas saring dengan ukuran pori (20-25) micron;
- Oven.

5 Pereaksi

5.1 Metode *Soxhlet*

- Asam klorida (HCl) p.a pekat;
- Dietil eter p.a atau kloroform p.a;
- Kertas pH;
- Batu didih;
- Akuades.

5.2 Metode *Mojonnier*

- Asam klorida (HCl) p.a pekat;
- Etanol;
- Dietil Eter;
- Petroleum Eter;
- Akuades.

6 Preparasi contoh

6. 1 Produk perikanan dalam bentuk kering (tepung, granula, serpihan)

Haluskan contoh dengan blender dan sejenisnya hingga partikelnya dapat melewati saringan 20 mesh. Masukkan contoh dalam wadah plastik atau gelas yang bersih dan bertutup.

6.2 Produk perikanan selain bentuk kering (tepung, granula, serpihan)

Lumatkan contoh hingga homogen dan masukkan homogenat dalam wadah plastik atau gelas yang bersih dan bertutup. Jika contoh tidak langsung diuji, simpan contoh dalam

refrigerator atau *freezer* sampai saatnya untuk dianalisa. Kondisikan contoh pada suhu ruang dan pastikan contoh masih tetap homogen sebelum ditimbang, jika terjadi pemisahan antara cairan dan contoh maka homogenisasi ulang sebelum dilakukan analisa.

7 Prosedur

7.1 Metode *Soxhlet*

7.1.1 Tahapan hidrolisis

a) Timbang saksama (1-3) g (A g) contoh dalam gelas piala 250 mL.
b) Tambah 20 mL HCl p.a pekat dan 30 mL air serta beberapa butir batu didih.
c) Tutup gelas piala dengan kaca arloji dan didihkan selama (15-20) menit.
d) Bilas kaca arloji dengan air panas.
e) Siapkan corong dan kertas saring kasar.
f) Saring dalam keadaan panas dan bilas dengan air panas hingga pH netral atau sama dengan pH air pembilas.
g) Keringkan kertas saring berikut isinya dengan oven pada suhu (100-105) °C selama (10-15) menit.

7.1.2 Tahapan ekstraksi

Tahapan ekstraksi dapat menggunakan ekstraktor *Soxhlet* konvensional atau otomatis.

7.1.2.1 Menggunakan ekstraktor *Soxhlet* konvensional

a) Timbang labu alas bulat kosong (B g).
b) Masukan kertas saring berikut isinya (7.1.1.g) ke dalam selongsong lemak.
c) Masukan 50 mL (atau sesuai dengan volume *Soxhlet*) dietil eter atau kloroform ke dalam labu alas bulat.
d) Masukan selongsong lemak ke dalam ekstraktor *Soxhlet* dan pasang rangkaian *Soxhlet* dengan benar.
e) Lakukan ekstraksi dengan siklus ekstraksi sekitar 5 menit/siklus selama 3-4 jam.
f) Uapkan pelarut dietil eter atau kloroform dalam labu alas bulat sampai kering.
g) Masukkan labu alas bulat yang berisi lemak ke dalam oven suhu 105 °C selama ± 2 jam untuk menghilangkan sisa dietil eter atau kloroform dan uap air.
h) Dinginkan labu alas bulat yang berisi lemak di dalam desikator selama 30 menit.
i) Timbang berat labu alas bulat yang berisi lemak (C g) sampai berat konstan.
j) Kerjakan pengujian minimal dua ulangan (duplo).

7.1.2.2 Menggunakan ekstraktor *Soxhlet* otomatis

a) Siapkan cawan alumunium yang telah dibersihkan.
b) Timbang cawan alumunium kosong sampai diperoleh berat konstan (B g).
c) Masukan kertas saring berikut isinya (7.1.1.g) ke dalam selongsong lemak.
d) Pasang selongsong lemak pada peralatan ekstraktor *Soxhlet* .
e) Masukkan 50 mL kloroform ke dalam cawan alumunium.
f) Pasang cawan alumunium pada peralatan ekstraktor *Soxhlet* .
g) Lakukan ekstraksi dan evaporasi dengan peralatan ekstraktor *Soxhlet* sesuai dengan petunjuk penggunaan peralatan ekstraktor *Soxhlet*.
h) Masukkan cawan alumunium yang berisi lemak ke dalam oven suhu 105 °C selama ± 2 jam untuk menghilangkan sisa pelarut organik (kloroform) dan uap air.
i) Dinginkan cawan alumunium yang berisi lemak di dalam desikator selama 30 menit.
j) Timbang cawan alumunium yang berisi lemak (C g) sampai berat konstan.

k) Kerjakan pengujian minimal dua ulangan (duplo).

CATATAN Jika menggunakan pelarut selain kloroform, maka pengaturan waktu ekstraksi disesuaikan dengan petunjuk penggunaan ekstraktor *Soxhlet* otomatis.

7.2 Metode *Mojonnier*

7.2.1 Tahapan hidrolisis

a) Timbang seksama (2-3) g (A g) contoh yang telah homogen ke dalam labu *Mojonnier*.
b) Tambahkan 2 mL etanol ke dalam labu *Mojonnier*.
c) Tambahkan 10 mL HCl : air (50:11).
d) Kocok hingga merata.
e) Masukkan labu ke dalam penangas air pada suhu (70-90)°C selama (30-40) menit. Kocok setiap 10 menit secara manual atau gunakan penangas air yang dilengkapi pengocok dengan gerakan horizontal (*mechanical shaker*)
f) Dinginkan pada suhu kamar.
g) Tambahkan etanol hingga tanda batas labu *Mojonnier*.
h) Kocok labu *Mojonnier* secara perlahan.
i) Lanjutkan ke tahapan ekstraksi

7.2.2 Tahapan ekstraksi

a) Tambahkan 25 mL dietil eter ke dalam labu *Mojonnier*, kocok dengan hati-hati selama 1 menit (pastikan tidak ada pelarut yang keluar karena tekanan dari dalam labu *Mojonnier*).
b) Tambahkan 25 mL petroleum eter, kocok kembali selama 1 menit.
c) Lakukan sentrifugasi selama 10 menit pada 600 rpm (atau diamkan labu *Mojonnier* beberapa saat) hingga terlihat lapisan eter jernih.
d) Siapkan labu alas bulat/erlenmeyer yang telah dibersihkan.
e) Timbang labu alas bulat/erlenmeyer sampai berat konstan (B g).
f) Saring lapisan eter (7.2.2.c) ke labu alas bulat/erlenmeyer menggunakan corong dan kertas saring.
g) Tambahkan 4 mL etanol ke dalam labu *Mojonnier* dan ulangi tahap 7.2.2.a sampai dengan 7.2.2.d.
h) Ulangi ekstraksi seperti pada tahapan 7.2.2.a sampai dengan 7.2.2.d
i) Uapkan labu alas bulat/erlenmeyer pada suhu 50 °C dengan *rotary evaporator* atau penangas listrik hingga tidak tersisa pelarut eter.
j) Masukan labu alas bulat/erlenmeyer ke dalam oven suhu 105 °C selama (1,5-2) jam.
k) Dinginkan labu alas bulat/erlenmeyer dalam desikator.
l) Timbang labu alas bulat/erlenmeyer yang berisi lemak (C g) sampai berat konstan.
m) Kerjakan pengujian minimal dua ulangan (duplo).

CATATAN
Jika contoh mengandung kadar gula lebih dari 20 % dan atau kadar NaCl lebih dari 1 %, maka dilakukan tahapan sebagai berikut:
1. Setelah tahap 7.2.2.d tuang lapisan eter ke dalam corong pisah kemudian lanjutkan tahap selanjutnya (7.2.2.e dan 7.2.2.f).
2. Lanjutkan proses ekstraksi larutan eter dalam corong pisah menggunakan 250 mL akuades, diamkan hingga larutan eter terpisah, lalu buang lapisan bagian bawah. Ulangi tahap ini 2 kali.
3. Tuang larutan eter ke dalam labu alas bulat/erlenmeyer dan lanjutkan tahap (7.2.2.g sampai dengan 7.2.2.j).

8 Perhitungan

$$\% \text{ Lemak total} = \frac{(C - B)}{A} \times 100\%$$

Keterangan:
A adalah berat contoh (g);
B adalah berat labu alas bulat atau erlenmeyer atau cawan alumunium kosong (g);
C adalah berat labu alas bulat kosong atau erlenmeyer atau cawan alumunium kosong dan lemak hasil ekstraksi (g).

9 Pelaporan

a) lebih dari 5 (lima) pembulatan naik.

Contoh : 14,454 dibulatkan menjadi 14,45
14,466 dibulatkan menjadi 14,47

b) Jika diperoleh angka desimal 5 (lima) yang akan dibulatkan dari angka genap yang ada didepannya, maka angka lima tersebut menjadi hilang, tetapi bila angka didepannya ganjil maka pembulatan akan naik.

Contoh : 14,765 dibulatkan menjadi 14,76
14,475 dibulatkan menjadi 14,48

10 Keamanan dan Keselamatan

Untuk menjaga keamanan dan keselamatan kerja selama melakukan penentuan kadar lemak perlu diperhatikan hal-hal sebagai berikut:

- Cuci tangan sebelum dan sesudah melakukan analisa.
- Gunakan jas laboratoium selama bekerja di laboratorium.
- Saat menuang kloroform atau dietil eter gunakan masker.
- Apabila menggunakan dietil eter, pastikan tidak ada nyala api atau asap rokok di sekitar ruangan.
- Saat melakukan ekstraksi pastikan air pendingin dan blower dapat digunakan selama proses berlangsung.

Bibliografi

[1] *Association of Official Analytical Chemistry*, 2005. *Official Methods of Analysis*, 18th edition, Chapter 4.5.01.

[2] *Association of Official Analytical Chemistry*, 2005 *Official Methods of Analysis*, 18th edition, Chapter 35.1.23.

[3] Anonim, 1979. *Official Chemical Method*,.Fish *Inspection Branch Fisheries and Ocean Canada, Chapter 4.*

[4] ISO 1443:1973 - *Determination of total fat content in meat and meat products.*

[5] SNI 01-2891:1992, *Cara Uji Makanan dan Minuman.*

Lampiran A
(informatif)
Hasil validasi metode pengujian kadar lemak total

Tabel A.1 – Data presisi pengujian kadar lemak total dengan metode *Soxhlet* konvensional

No	Kadar lemak (%)			
	Pasta ikan	Tepung ikan	Bakso ikan	Ikan beku
1	16.96	1.11	2.3	0.61
2	17.15	1.24	2.16	0.57
3	16.17	1.18	2.03	0.63
4	16.85	1.28	2.19	0.63
5	16.85	1.26	2.33	0.62
6	17.3	1.15	2.19	0.60
Rerata	16.88	1.20	2.20	0.61
SD	0.39	0.07	0.11	0.03
RSD_hitung	2.31	5.58	4.88	4.20
RSD_prediksi	2.61	3.89	3.55	4.31
HorRat	0.9	1.4	1.4	1.0
Kriteria Keberterimaan HorRat	0.3-1.5	0.3-1.5	0.3-1.5	0.3-1.5

Tabel A.2 – Data presisi pengujian kadar lemak total dengan metode *Soxhlet* otomatis

No	Kadar lemak (%)			
	Pasta ikan	Tepung ikan	Bakso ikan	Ikan beku
1	17.49	1.16	2.55	0.58
2	17.37	1.19	2.57	0.56
3	17.15	1.10	2.63	0.55
4	16.56	1.28	2.71	0.53
5	16.73	1.16	2.7	0.53
6	16.74	1.13	2.65	0.49
Rerata	17.01	1.17	2.64	0.54
SD	0.38	0.06	0.07	0.03
RSD_hitung	2.25	5.30	2.49	5.87
RSD_prediksi	2.61	3.91	3.46	4.39
HorRat	0.9	1.36	0.7	1.3
Kriteria Keberterimaan HorRat	0.3-1.5	0.3-1.5	0.3-1.5	0.3-1.5

Tabel A.3 – Data presisi pengujian kadar lemak total dengan metode *Mojonnier*

No	Kadar lemak (%)			
	Pasta ikan	Tepung ikan	Bakso ikan	Ikan beku
1	15.94	1.05	2.91	1.08
2	15.93	1.1	2.94	1.02
3	16.10	1.07	2.93	1.02
4	16.07	1.09	2.97	1.09
5	15.94	0.97	2.89	1.04
6	16.28	1.08	2.89	1.11
Rerata	16.04	1.06	2.92	1.06
SD	0.14	0.05	0.03	0.04
RSD_hitung	0.86	4.46	1.07	3.63
RSD_prediksi	2.63	3.97	3.40	3.97
HorRat	0.3	1.1	0.3	0.9
Kriteria Keberterimaan HorRat	0.3-1.5	0.3-1.5	0.3-1.5	0.3-1.5

Tabel A.4 – Data akurasi kadar lemak total

Matriks	Hasil (%)			Nilai acuan	Referensi
	***Soxhlet* konvensional**	***Soxhlet* otomatis**	***Mojonnier***		
Pasta ikan	17.01	16.88	16.01	15,9-17,9	Sertifikat CRM
tepung ikan	1.17	1.20	1.06	1,06-1,20	IRM
bakso ikan	2.64	2.20	2.92	1,60-3,61	IRM

Informasi pendukung terkait perumus standar

[1] Komite Teknis Perumus SNI
Komite Teknis 65-05 Produk Perikanan

[2] Susunan keanggotaan Komite Teknis perumus SNI

Ketua	:	Artati Widiarti	Kementerian Kelautan dan Perikanan
Wakil Ketua	:	Widya Rusyanto	Kementerian Kelautan dan Perikanan
Sekretaris	:	Nurjanah	Yayasan Lembaga Konsumen Indonesia (YLKI)
Anggota	:	Lili Defi Z	Dit. Standardisasi Produk Pangan, BPOM
Anggota	:	Ai Zairin	PT Inti Samudra Hasilindo
Anggota	:	Hantowo Tjhia	Asosiasi Pengolahan dan Pemasaran Produk Perikanan Indonesia (AP5i)
Anggota	:	Murtiningsih	Kementerian Kelautan dan Perikanan
Anggota	:	Bagus Sediadi Bandol Utomo	Kementerian Kelautan dan Perikanan
Anggota	:	Tengku A.R. Hanafiah	Masyarakat Standardisasi (MASTAN)
Anggota	:	Ahmad Muhamad Mutaqin	Kementerian Kelautan dan Perikanan
Anggota	:	Harsi Dewantari Kusumaningrum	Institut Pertanian Bogor (IPB)
Anggota	:	Adi Surya	Asosiasi Pengalengan Ikan Indonesia (APIKI)
Anggota	:	Tri Winarni Agustini	Universitas Diponegoro
Anggota	:	Santoso	Sekolah Tinggi Perikanan
Anggota	:	Mufidah Fitriati	Komisi Laboratorium Pengujian Pangan Indonesia

[3] Konseptor rancangan SNI
Hermana - Balai Besar Pengujian Penerapan Hasil Perikanan (BBP2HP)

[4] Sekretariat pengelola Komite Teknis perumus SNI
Direktorat Bina Mutu dan Diversifikasi Produk Perikanan
Direktorat Jenderal Penguatan Daya Saing Produk Kelautan dan Perikanan
Kementerian Kelautan dan Perikanan